SNI 01-2896-1998

Standar Nasional Indonesia

Cara uji cemaran logam dalam makanan

ICS 67.060

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Daftar isi i

Pendahuluan ii

1 Ruang lingkup 1

2 Acuan 1

3 Penyiapan contoh 1

4 Cemaran logam; tembaga, seng, timah dan besi dalam makanan (Cara hidrolisis)....1

5 Cemaran logam; timbal, tembaga, seng, timah, dan besi dalam makanan (cara pengabuan kering)..3

6 Cemaran logam, raksa (Hg) dalam makanan 4

7 Cemaran logam, tembaga (Cu), besi (Fe), Nikel (Ni), dan timbal (Pb) dalam minyak dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan graphite furnace 6

8 Cemaran logam tembaga (Cu), besi (Fe), Nikel (Ni), dan Seng (Zu) dalam minyak ...10

9 Pembuatan larutan standar 11

P u s t a k a 12

Pendahuluan

Standar Nasional Indonesia (SNI) cara uji cemaran logam untuk makanan merupakan revisi dari SNI 19-2896-1992, yang disusun dengan maksud untuk memperbaiki dan melengkapi cara uji yang sudah ada sehingga semua produk makanan dan minuman dapat diuji dengan cara yang sama dan dapat dipertanggung jawabkan dari aspek kesehatan dan keselamatan konsumen.

Standar ini disusun oleh Balai Besar Industri Hasil Pertanian Bogor berdasarkan hasil pembahasan melalui rapa-rapat teknis, pra konsensus dan terakhir dirumuskan melalui Rabat Konsensus Nasional pada tanggal 24 Pebruari 1998 di Jakarta, yang dihadiri oleh wakil-wakil dari produsen, konsumen, lembaga pengujian serta instansi pemerintah yang terkait.

Cara uji cemaran logam dalam makanan

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, penyiapan contoh, cara uji cemaran logam dalam makanan, cara uji cemaran logam untuk minyak, dan pembuatan larutan standar.

2 Acuan

a) *Simson, G.R and Blay, R.A Rapid Methode for the Determination of metals Copper, Zinc, Tin, Iron, and Calcium in Foodstuffs by Atomic Absorption Spectroscopy Food Trade Review, August 1966.*
b) *Rowe, C.f. Food Analisis by Atomic Absorption Spectroscopy, Varian Techtron, 1973.*
c) SNI 19-2896-1992, *Cara uji cemaran logam*
d) Tropical Product Institute, Methods for Cu determination by dry ashing in Pyrex beakers.
e) *AOAC, Official Method of Analisys, 1995*
f) *AOAC, Official Method Ca 18b-91*
g) *Ooms, R, and Van Pee, W., Determination of Trace Metal Content in Corn Oil by Atomic Spectroscopy, JAOCS, Vol 60 No. 5, May 1983*

3 Penyiapan contoh

- Penyiapan contoh makanan sesuai SNI. 01-2891-1992, *Cara uji makanan dan minuman*, butir 4
- Penyiapan contoh minyak dan lemak sesuai SNI 01-3555-1998. *Cara uji minyak dan lemak*, butir 2

4 Cemaran logam; tembaga, seng, timah dan besi dalam makanan (Cara hidrolisis)

Keterangan
Cara uji cemaran logam, tembaga, seng, timah dan besi dalam makanan (cara hidrolisis) berlaku untuk contoh buah-buahan, sayuran, daging, ikan, dan makanan dalam kaleng.

4.1 Prinsip

Contoh hidrolisis dengan asam untuk memecahkan karbohidrat dan protein dalam contoh dan membebaskan logam-logam yang terkandung di dalamnya.

4.2 Pealatan

a) Spektrofotometer serapan atom dengan segala kelengkapannya
b) Neraca analitik dengan ketelitian 0,001 mg, terkalibrasi
c) Erlenmeyer 250 ml
d) Penangas listrik
e) Labu ukur 50 ml, terkalibrasi

4.3 Pereaksi

4.3.1 Air suling

4.3.2 Larutan asam klorida

Tambahkan 500 ml HCl pa 37%, bj. 1,19 ke dalam 220 ml air suling

4.3.3 Larutan deret standar besi (Fe)

Siapkan larutan standar besi (Fe) yang mengandung 0-20 ug Fe/ml. Larutan akhir harus mengandung 50% larutan HCl diatas (butir 4.3.2)

4.3.4 Larutan deret standar tembaga (Cu)

Siapkan larutan standar tembaga (Cu) yang mengandung 0-15 ug Cu/ml. Larutan akhir mengandung 50% larutan HCl diatas (butir 4.3.2)

4.3.5 Larutan deret standar timah (Sn)

Siapkan larutan standar timah (Sn) yang mengandung 0-30 ug Srairll. Larutan akhir harus mengandung 50% larutan HCl di atas (butir 4.3.2)

4.3.6 Larutan deret standar seng (Zn)

Siapkan larutan standar seng (Zn) yang mengandung 0-2 ug Zn/ml. Larutan akhir harus mengandung 50% larutan HCL di atas (butir 4.3.2)

4.4 Cara kerja

a) Timbang 1-5 g contoh dan masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml, tambahkan 25 ml larutan HCl (butir 4.3.2), kemudian panaskan sampai mendidih dan biarkan dalam keadaan tersebut selama 5 menit.

b) Dinginkan larutan dan kemudian pindahkan ke dalam labu ukur ml secara kuantitatif, encerkan sampai tanda garis dengan air suling, kocok dan saring melalui kertas saring Whatman No. 1.

c) Buat larutan blanko dengan cara penambahan pereaksi yang sama seperti contoh

d) Bacalah absorbansi larutan deret standar, blanko dan contoh

e) Buat kurva kalibrasi dengan sumbu Y sebagai absorbansi dan sumbu X sebagai konsentrasi (ppm)

f) Hitung kandungan logam dalam contoh.

4.5 Perhitunaan

Kandugan logam dalam contoh dihitung dengan menggunakan rumus sbb :

$$\text{Kandungan logam (ug/g)} = \frac{\text{(ug logam/ml dari kurva kalibrasi)} \times V}{m}$$

Keterangan :

V adalah volume pelarutan, dalam ml

M adalah bobot contoh, dalam gram.

5 Cemaran logam; timbal, tembaga, seng, timah, dan besi dalam makanan (cara pengabuan kering)

Keterangan:
Cara uji cemaran logam, timbal, tembaga, seng, timah, dan besi dalam makanan (cara pengabuan kering) berlaku untuk contoh susu bubuk, kakao bubuk, ikan, tepung terigu, saos tomat, dan bahan dasar pakan ternak.

5.1 Prinsip

Contoh dicampur dengan larutan magnesium nitrat dalam etanol, kemudian dikeringkan dan diabukan. Dilanjutkan pembacaan absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom.

5.2 Peralatan

a) Cawan porselen dengan kapasitas 50 atau 100 ml
b) Pipet isi 10 ml, terkalibrasi
c) Penangas air
d) Tanur, terkalibrasi
e) Spektrofotometer serapan atom beserta kelengkapannya, terkalibrasi
f) Labu ukur 100 ml, terkalibrasi

5.3 Pereaksi

5.3.1 Larutan magnesium nitrat 10% dalam etanol
Larutan 10 g $Mg(NO_3)_2 . 6H_2O$ dalam 100 ml etanol 95%.

5.3.2 Larutan campuran HCl dan HNO_3
Encerkan 100 ml HCl p.a sampai 250 ml dengan air suling, kemudian tambahkan 100 ml HNO_3 p.a dan encerkan kembali sampai 500 ml dengan air suling.

5.4 Cara kerja

a) Timbang, 5 g contoh dan masukkan kedalam cawan porselen atau piala gelas Pyrex 100 ml, tambahkan dengan menggunakan pipet 10,0 ml larutan magnesium nitrat dalam etanol, aduk dengan batang pengaduk. Angkat batang pengaduk dan bilasi dengan etanol 95 %.
b) Uapkan etanol diatas penangas air sambil diaduk sekali-sekali, kemudian panaskan di atas penangas listrik (tutuplah piala gelas dengan kaca arloji).
c) Pindahkan piala gelas ke dalam tanur dengan suhu 200 °C dan secara bertahap naikkan suhu sampai 500° C selama 2 jam dan abukan sepanjang malam pada suhu 450-500° C.
d) Angkat piala gelas dari tanur dan biarkan dingin di atas asbes. Apabila masih terdapat sisa karbon, setelah dingin tambahkan 1 ml air dan 2 ml HNO_3 p.a, kemudian keringkan diatas penangas air. Panaskan kembali pada suhu 500° C selama 1 jam. Ulangi perlakuan ini sampai diperoleh abu yang berwarna putih.

e) Tambahkan 5 ml, larutan campuran HCl dan HNO_3 ke dalam abu melalui dinding piala gelas dan panaskan di atas penangas air sampai abu larut.

f) Pindahkan larutan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 ml, kemudian impitkan labu dengan air suling. Saring dengan kertas saring Whatman 540.

g) Kerjakan blanko dengan menggunakan pereaksi yang sama.

h) Bacaalah absopsi larutan standar, blanko dan contoh dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 213,9 nm untuk seng, 235,4 nm untuk timah, 283,3 nm untuk tembaga, 248,3 nm untuk besi dan tembaga, 324,7 nm.

i) Buat kurva kalibrasi dengan sumbu Y sebagai absorbansi dan sumbu X sebagai konsentrasi (dalam ppm).

j) Hitung kandungan logam dalam contoh.

5.5 Perhitungan

Kandungan logam dalam contoh dihitung dengan meggunakan rumus sbb:

$$\text{Kandungan logam (ug/g)} = \frac{\text{ug logam/ml dari kurva kalibrasi x v}}{\text{m}}$$

Keterangan:

v adalah volume pelarutan, dalam ml.

m adalah bobot contoh, dalam gram.

6 Cemaran logam, raksa (Hg) dalam makanan

6.1 Prinsip

Mereaksikan senyawa raksa dengan $NaBH_4$ atau $SnCl_2$ dalam keadaan asam guna membentuk gas atomik Hg dan diikuti dengan pembacaan absorbans menggunakan spektrofotometer serapan atom tanpa nyala dengan panjang gelombang 253,7 nm.

6.2 Pereaksi

6.2.1 Larutan pereduksi

a) Larutan $SnCl_2$

Campurkan 50 ml $H2SO_4$ dengan 30ml ml air suling.Dinginkan Hingga suhu ruang, tambah 15 gram NaCl, 15 gram Hidroksilaminsulfat, dan 25 gram $SnCl_2$ impitkan hingga 500 ml, atau dapat juga digunakan Natrium borohidrida ($NaBH_4$)

b) Larutan $NaBH_4$

Larutkan 3 gram serbuk $NaBH_4$ dan 3 gram NaOH dalam air suling dalam labu ukur 500 ml.

6.2.2 Larutan pengencer

Ke dalam labu ukur 1 liter yang mengandung 300-500 ml air, tambahkan 58 ml HN dan 67 ml H_2SO_4, impitkan dan kocok.

6.2.3 Larutan baku raksa

6.2.3.1 Larutan baku 1000 mg/l

Larutkan 0.1354 gram $HgCl_2$ dalam 100,0 ml air suling.

6.2.3 2 larutan kerja 1 mg Hg/l

Encerkan 1 ml larutan induk (6.2.3.1) dalam 1 l H_2SO_4 N. Larutan kerja ini harus dibuat langsung sebelum digunakan.

6.3 Peralatan

a) Spektrofotometor serapan atom yang dilengkapi dengan lampu katoda Hg dan generator uap hidrida ("HVG")

b) Labu dekstruksi 250 ml berdasar bulat

c) Pendingin terbuat dari borosilikat, diameter 12-18 mm, tinggi 400 mm, diisi dengan cincin "Raschig" setinggi 100 mm, kemudian dilapisi dengan batu didih berdiameter 4 mm di atas cincin setinggi 20 mm.

d) Labu ukur 100 ml, terkalibrasi.

6.4 Cara kerja

6.4.1 Pengabuan basah

a) Timbang 5 gram contoh ke dalam labu dekstruksi, tambah 25 ml H_2SO_4 18N, 20 ml HNO_3 7N, 1 ml larutan natrium molibdat 2%, dan 5-6 butir batu didih.

b) Hubungkan labu dekstruksi dengan pendingin dan panaskan selama 1 jam. Hentikan, pemanasan dan biarkan selama 15 menit.

c) Tambah 20 ml $HN0_3$-$HCl0_4$ (1:1) melalui pendingin.

d) Hentikan aliran air pada pendingin dan panaskan dengan panas tinggi hingga timbal uap putih. Lanjutkan pemanasan selama 10 menit, kemudian dinginkan.

e) Dengan hati-hati tambahkan 10 ml air melalui pendingin sambil labu digoyang-goyangkan.

f) Didihkan lagi selama 10 menit.

g) Matikan pemanas dan cuci pendingin dengan 3 kali 15 ml air suling, dinginkain sampai suhu kamar.

h) Secara kuantitatif; pindahkan larutan dekstruksi contoh ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air suling sampai tanda garis.

i) Kerjakan blanko dengan pemakaian pereaksi seperti yang digunakan. Pada contoh.

j) Siapkan deret standar.

k) Tambahkan 20 ml larutan pereduksi ke dalam larutan deret standar, larutan dekstruksi, dan larutan blanko.

l) Baca absorbansi larutan deret standar, larutan dekstruksi, dan larutan blanko dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm.

m) Buat kurva kalibrasi dengan sumbu Y sebagai absorbansi dan sumbu X sebagai konsentrasi (dalam ppm)

n) Hitung kandungan Hg dalam contoh.

Sebagai alternatif, penyiapan contoh dapat dilakukan dengan pengabuan kering menggunakan digester microwave.

6.4.2 Dekstruksi menggunakan digester microwave dengan sistem tertutup

a) Timbang 1 gram contoh ke dalam tabung deksruksi, tambah 2 ml HNO_3 dan 1 ml H_2O tutup rapat dan masukkan ke dalam oven microwave. Kerjakan sesuai dengan pemakaian alat.
b) Kerjakan blanko dengan pemakaian pereaksi seperti yang digunakan pada contoh.
c) siapkan deret standar
d) Tambahkan 20 ml larutan pereduksi ke dalam larutan deret standar, larutan dekstruksi, dan larutan blanko.
e) Baca absorbansi larutan deret standar, larutan dekstruksi, dan larutan blanko dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm.
f) Buat kurva kalibrasi dengan sumbu Y sebagai absorbansi dan sumbu X sebagai konsentrasi (dalam ppm)
g) Hitung kandungan Hg dalam contoh.

6.5 Perhitungan

Kandungan logam raksa (Hg) dalam contoh dihitung dengan menggunakan rumus sbb :

$$\text{Kandungan raksa (ug/g)} = \frac{\text{(ug logam /ml dari kurva kalibrasi) x v}}{\text{m}}$$

Keterangan :
v adalah volume pelarutan,dalam ml
m adalah bobot contoh, dalam gram

7 Cemaran logam, tembaga (Cu), besi (Fe), Nikel (Ni), dan timbal (Pb) dalam minyak dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan graphite furnace

Keterangan:
Cara uji cemaran logam, tembaga (Cu), besi (Fe), nikel (Ni), dan timbal (Pb) dalam minyak dengan mengunakan spektrofotometer serapan atom dengan graphite furnace berlaku untuk contoh minyak dan lemak, yang telah dimurnikan maupun yang kasar.

7.1 Prinsip

Pembacaan absorbansi secara langsung dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan graphite furnace.

7.2 Peralatan

a) botol polietilen atas polipropilen 20 dan 50 ml bertutup
b) Mikropipet atau automatic sampler 20 dan 50 ul
c) Pipet tip
d) Spekirofotcmeter serapan atom berikut graphite furnace atomizer
e) Tabung grafit
f) Oven listrik, diatur pada 60 ± 2°C dan dapat dipakai untuk pemanasan pada 150°C
g) Kolom kromatografi dengan perbandingan diameter/tinggi adalah 1/10
h) Penangas air.

7.3 Pereaksi

a) n. Heptana
b) Light petroleum titik didih 40-60 °C
c) Minyak bunga matahari yang telah dimurnikan atan minyak cair yang stabil yang mempunyai kandungan logam yang rendah.
d) Aluminium oksida, kromatografik grade.
e) Asam nitrat 2 M, bebas dari Fe, Ni dan Cu
f) Niobium nitrat ($Nb(NO_3)_2$) 1000 mg/l
g) Larutan standar baku Fe (10 mg/kg), Ni (10 mg, kg) dan Cu (2 mg/kg), disiapkan dengan mengencerkan standar organometalik dengan minyak bunga matahari. Larutan standar diproduksi oleh continental oil company, ponce city, OK USA (chomoston, 5000 mg/kg) atau merck. D-6100, darmstadt. Germany (logam dalam minyak standar, 1000 mg/kg) atau yang setara.
h) Larutan deret standar
   Encerkan larutan baku dengan minyak bunga matahari untuk memperoleh :
   tembaga : 0.05, 0,1 dan 0,2 ug/kg
   besi : 0,25, 0,5 dan 1,0 ug/kg
   nikel : 0,25, 0,5 dan 1,0 ug/kg.
i) Sikloheksana
j) Lesitin, mengandung 2% fosfor
k) Modifier matriks, larutan lesitin 2% (m/v)
l) Larutan 2 g lesitin dalam 100 ml sikloheksana
m) 1. Larutan standar baku Pb 10 mg/kg.
   Siapkan dengan mengencerkan standar organometalik dengan blanko minyak.
   2. Encerkan larutan standar baku dengan blanko minyak untuk memeperoleh larutan 0,020 mg Pb/kg, 0,050 mg Pb/kg dan 0,100 mg Pb /kg.
n) Argon dengan kemurnian minimum 99,99%
   Sebagai pengganti argon dapat digunakan nitrogen. Pada suhu diatas 2300 °C, nitrogen membentuk gas sianogen ; dengan demikian ventilasi di area furnace harus baik.

CATATAN:
1) Heptana dan light petroleum merupakan pereaksi yang mudah terbakar. Uap-uapnya dapat menyebabkan iritasi paru-paru dan dapat menyebabkan efek neurotoksik. Oleh karena itu, gunakan ruang asam setiap pemakaian pereaksi-pereaksi tersebut.
2) Sikloheksana merupakan pereaksi yang mudah terbakar. Bersifat toksik bilamana kontak dengan kulit.

7.4 Cara kerja

7.4.1 Penyiapan contoh untuk analisis untuk penetapan logam tembaga, besi, dun nikel
a) Letakkan semua larutan contoh dan deret standar di dalam oven dengan suhu 60 ± 2 °C selama masa penetapan.
b) Kocok contoh kuat-kuat sebelum analisis.
c) Apabila kandungan logam dalam minyak kasar berada di luar kisaran deret standar, encerkan contoh tersebut dengan minyak bunga matahari yang kandungan logamnya

rendah (butir 7.2C).

7.4.2 Penyiapan contoh untuk penetapan logam timbal (Pb)

a) Sesuai dengan butir 7.4.1 a dan b.

b) Timbang 5,00 g contoh dalam botol polietilen (polipropilen) 20 ml, kemudian tambahkan 5,00 g modifier matriks dan kocok.

c) Ulangi perlakuan tahap 7.4.1,c terhadap deret tandar blanko.

7.4.3 Penyiapan peralatan untuk penetepan tembaga, besi dan nikel

a) Nyalakan spektrofotometer serapan atom dan korektor latar belakang deutrium (D_2). Aturlah arus lampu, lebar celah, panjang gelombang dan aplikasi. Panjang gelombang yang dibutuhkan adalah 324,7 nm untuk tembaga (Cu), 303,1 nm untuk besi (Fe), dan 232,0 nm untuk nikel (Ni).

b) Optimasikan posisi graphite furnace atomizer dalam spektrofotometer serapan atomdan aturlah program yang dibutuhkan seperti pada tabel 1.

Tabel 1: Program graphite furnace atomizer untuk Cu, Fe, Ni.

	Tahap	Suhu, °C	Ramp time, detik	Hold time, detik	Aliran gas, ml/min
Untuk Cu	1	900	50	30	300
	2	2700	1	5	50
Untuk Fe dan Ni	1	1200	50	30	300
	2	2700	1	5	50

Apabila tidak mungkin memprogram graphite furnace tepat seperti tersebut di atas, gunakan program yang sesuai untuk peralatan yang dipakai.

c) Gunakan tabung grafit normal.

7.4.4 Penyiapan peralatan untuk penetapan timbal (Pb)

a) Sesuai butir 7.4.3 a dan b. Panjang gelombang yang dibutuhkan adalah 283.3 nm, dan program graphite furrnace atomizer seperti tertera pada tabel 2 dan tabel 3.

Tabel 2: Program graphite furnace atomizer untuk Pb untuk tabung yang tidak dilapisi (tabung normal)

Tahap	Suhu, °C	Ramp time, detik	Hold time, detik	Aliran gas, ml/min
1	100	10	20	300
2	650	60	40	300
3	1900	0	5	0
4	2700	1	3	50

Tabel 3: Program graphite furnace atomizer untuk Pb untuk tabung yang dilapisi pirolitik

Tahap	Suhu, °C	Ramp time, detik	Hold time, detik	Aliran gas, ml/min
1	200	10	20	300
2	650	60	40	300
3	1700	0	5	0
4	2700	1	3	50

b) Sebelum melakukan injeksi, bilasi pipet tip dengan cara memipet 20 ul siklo-heksana dan kemudian membuangnya.

7.4.5 Penetanan absorbansi optimum

7.4.5.1 Blanko tabung grafit

Amatilah absorpsi dari tabung grafit dan apabila ada, nilai absorbansi, kemudian di nolkan.

7.4.5.2 Blanko larutan minyak

Dengan menggunakan pipet makro atau automatic semple, injeksikan 20 ul minyak (6.4 c) ke dalam graphite furnace, dan catatlah absorbannya.

7.4.5.3 Standardisai peralatan

Dengan menggunmakan pipet mikro, injeksikan ketiga larutan deret standar ke dalam graphite furnace, dan catatlah absorbansinya.

7.4.5.4 Analysis contoh

a) Minyak

Dengan menggunakan pipet mikro, injeksikan 20 µl contoh minyak ke dalam graphite furnace dan catatlah absorbansinya.

b) Lemak (yang mempunyai titik leleh diatas 40 °C)

Siapkan program tambahan dengan tahap-tahap seperti berikut :

Hold time 20 detik, suhu 60°C, aliran gas internal 0 ml/menit. Mulailah dengan program suhu. Pada tahap awal, dengan menggunakan pipet mikro, masukan 20 ul lemak yang telah dilelehkan ke dalam graphite furnace, biarkan tip berada pada pmenbukaan injeksi untuk mencairkan lemak, kemudian injeksikan. Catatlah absorbansinya.

c) Lakukan penetapan duplo

d) Buat kurva kalibrasi

Buat kurva kalibrasi dengan cara memplot absorbans dari deret standar yang telah dikoreksi terhadap blanko, terhadap kandungan logam.

e) Hitung kandungan logam dalam contoh

7.4.5.5 Perhitungan

Kandungan logam dalam contoh adalah nilai yang langsung diperoleh dari pembacaan konsentrasi pada kurva kalibrasi.

CATATAN:

1. Botol plietilena atau polipropilena bebas logam disiapkan sebagai berikut :
   Bersihkan botol-botol tersebut dengan asam nitrat hangat (73,c), bilasi dengan air suling atau keringkan dalam oven pada suhu 80 °C.
2. Minyak dengan kandungan logam rendah
   Aktifkan alumunium oksida (7.3,d) dengan cara memanaskannya dalam oven pada suhu 150 °C selama 14 jam. Siapkan kolom kromatografi dengan menggunakan aluminium oksida yang telah diaktifkan dengan sebanyak 2 x massa minyak yang akan dimurnikan larutkan 1 bagian (massa) minyak dalam 3 bagian (volume) light petroleum. Masukkan larutan minyak ke dalam kolom dan elusikan dengan 5 bagian (volume) light petroleum. Uapkan light petroleum dengan menggunakan aliran nitrogen, diatas penangas air yang dipanaskan. Hilangkan sisa-sisa light petroleum dalam minyak yang telah dimurnikan dengan menggunakan vakum.
3. Untuk setiap penetapan logam, gunakan tabung grafit yang terpisah
   Tabung grafit untuk penetapan besi harus dilapisi dengan niobium untuk meyakinkan bahwa semua besi telah ditetapkan. Bila digunakan tabung grafit yang tidak dilapisi, maka hasilnya akan bervariasi tergantung dari jenis senyawa besi yang terdapat dalam contoh. Cara melapisi tabung grafit adalah sebagai berikut:
   Dengan menggunakan pipet makro, injeksikan 100 ul larutan niobium nitrat ke dalam furnace. Mulailah dengan program suhu untuk pengeringan pada 100°C selama 60 detik, dan kemudian atomisasi pada 2700 °C selama 5 detik. Lakukan prosedur ini sampai diperoleh absorbansi yang tetap (untuk menghilangkan kontaminasi besi).

8 Cemaran logam tembaga (Cu), besi (Fe), Nikel (Ni), dan Seng (Zu) dalam minyak

8.1 Prinsip

Pengabuan kering contoh dan pelarutan oksida-oksida logam dengan asam diikuti dengan pembacaan absorbansi larutan logam menggunakan atomizer batang karbon. (graphite furnace)

8.2 Peralatan

a) Spectofotometer serapan atom berikut graphite furnace / atomizer
b) Cawan kuarsa, kapasitas 100 ml
c) Tanur dengan pengutur suhu, terkalibrasi.
d) Labu ukur 10 ml, terkalibrasi.

3.3 Pereaksi

Asam nitrat, HNO_3 2M.

8.4 Cara kerja

a) Timbang 30 gram minyak ke dalam cawan kuarsa berkapasitas 100 ml.
b) Tutuplah cawan tersebut dengan tutup kaca pyrek dan sangga dengan penyangga pyrek, kemudian arangkan selama kira-kira 24 jam di atas penangas listrik pada suhu 300°C.
c) Apabila contoh sudah tidak berasap lagi, lanjutkan pengabuan di dalam tanur pada suhu 400°C selama 2 jam dan sempurnakan pengabuan tersebut pada suhu 500°C selama 20 jam.
d) Angkat cawan berisi abu dari dalam tanur dan dinginkan.
e) Lurutkan abu dengan 5 ml asam nitrat 2 M, dan hangatkan di atas penangas air selama

30 menit.

f) Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 10 ml. Bilas cawan dan impitkan labu akur dengan HNO_3 2M.

g) Kerjakan blanko dengan menggunakan pereaksi yang sama seperti pada contoh.

h) Bacalah absorbansi larutan blanko, standar dan contoh dengan menggunakan Spektrofotometer serapan atom dengan atomizer batang karbon dengan kondisi pengoperasian atomizer dan parameter instrumen seperti tertera dalam butir 7.4.3.

i) Buat kurva kalibrasi. Dengan sumbu y sebagai absorbansi dan sumbu Y. sebagai konsentrasi.

j) Hitung kandungan cemaran logam dalam contoh.

8.5 Perhitungan

Kandungan logam dalam contoh dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kandungan logam (ug/g)} = \frac{\text{(ug logam /ml) dari kurva kalibrasi x v}}{\text{m}}$$

Keterangan

v adalah volume pelarutan

m adalah bobot contoh dalam gram.

9 Pembuatan larutan standar

9.1 larutan standar 1000 mg Pb/l

Larutkan 1,000 gram Pb dalam 30 ml HCl 1:1. Dinginkan dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml, encerkan dengan air suling sampai tanda garis.

9.2 larutan standar 1000 mg Cu/l

Larutkan 1,000 gram Cu dalam 30 ml HNO_3 1:1 panas. Setelah dingin, tambahkan 50 ml HCl 1:1, kemudian masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan denngan air suling sampai tanda garis.

9.3 larutan standar 1000 mg Zn/l

Larutkan 1,000 gram logam seng dalam 30 ml HCl 1:1 panas. Setelah dingin masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml dan encerkan sampai tanda garis.

9.4 larutan standar 1000 mg Sn/l

larutkan 1000 gram timah dalam 100 ml HCl dengan pemanasan pada suhu 50-80^{O}C. Setelah larut dinginkan dan tambahkan lagi 200 ml HCl, kemudian masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml, encerkan dengan air suling sampai tanda garis.

9.5 larutan standar 1000 Fe/l

Larutkan 1,000 gram besi dalam 1 ml asam klorida 6 N, kemudian masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml, dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis.

Catatan :

Sebagai alternatif pembuatan larutan standar dapat juga disiapkan dari garamnya.

Pustaka

1. American Public Health Association : "*Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*". 17th ed. Washington. D.C. 1989.

2. Anonymous : "*Laporan Sidang Pleno IX*"; Panitia Kodeks Makanan Indonesia. Departemen Kesehatan RI., Dit.Jen POM. Proyek Peningkatan Keamanan Makanan Pusat Jilid I. 1982/1983.

3. "*Bacteriological Analytical Manual for Food*". 6th ed. Food and Drug Administration, U.S.A. 1984.

4. Elliot, R.P; D.S. Clark; K.H. Lewis; H. Lundbeck; J.C Olson and B. Simonsen: "*Microorganisms in Foods I. Their Significance and Methods of Enumeration*". 2nd ed. ICMSF, University of Toronto Press, 1978.

5. Marth, E.H (Ed): "*Standard Methods for The Examination of Dairy Products*" 14th ed. APHA, Washington, D.C, 1978.

6. Rifai, M.K.: "*Manual of Food Quality Control. 4. Microbiological Analysis*" F.A.O, Rome, 1979.

7. Speck, M.L, (Ed). "*Compendium of Methods for Microbiological Examination of Foods*" 2nd ed., APHA, Washington, D.C. 1984.

8. "*The Oxoid Manual of Culture Media, Ingredients and Other Laboratory Services*" 4th ed. Oxoid Ltd., Basingstoke, England., 1980.